

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА В ШЛАМАХ МЕДНОГО ЭЛЕКТРОЛИЗА

И. П. ОНУФРИЕНОК, В. М. АКСЕНЕНКО

(Представлено профессором доктором химических наук А. Г. Стромбергом)

Определение селена и теллура в шламах медного электролиза представляет собою трудную задачу ввиду того, что в шламе присутствуют большие количества меди наряду с серебром, золотом, платиной и платиноидами. Последние часто выделяются теми же реактивами, какими выделяются селен и теллур. Поэтому при анализе необходимо создавать условия для полного отделения меди и благородных металлов от селена и теллура и только после этого определять последние.

Из работы М. Ф. Прошковича и П. В. Фалеева [1] видно, что теллур, а также большая часть селена могут быть отделены от меди и платиноидов в виде $\text{Fe}_2(\text{TeO}_3)_3$ и $\text{Fe}_2(\text{SeO}_3)_3$ или в слабощелочной среде в присутствии нитрата натрия, или гидролизом уксуснокислого железа, или осаждением аммиаком до слабощелочной среды. Во всех случаях ими найдено, что теллур увлекается в осадок количественно, а селен—неколичественно. Из их работы мы сделали вывод, что Fe^{3+} является хорошим коллектором для теллура и недостаточным для селена.

В своем исследовании мы поставили себе целью найти подходящие коллекторы, которые бы при осаждении аммиаком соосаждали бы селен и теллур количественно с одновременным освобождением от больших количеств меди и от большей части платины и платиноидов.

В качестве коллекторов для селена и теллура мы испытали Fe^{3+} , V^{3+} , Al^{3+} , Ce^{3+} 1), при этом оказалось, что комбинированный коллектор, состоящий из Fe^{3+} и Ce^{3+} , количественно соосаждает селен и теллур в слабоаммиачной среде и при этом при переосаждениях происходит отделение от больших количеств меди и от большей части платиноидов.

В дальнейшем селен и теллур отделяются от железа и церия выделением их хлористым оловом из солянокислого раствора в виде элементарных, при этом в осадке селена и теллура наблюдались небольшие количества меди и платиноидов от которых селен и теллур в дальнейшем отделяются из щелочных растворов.

В одной из своих работ [2] мы показали возможность отделения меди и селена от теллура в щелочной среде, если осадить теллур молочным сахаром из слабощелочной среды в присутствии $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, но для шламов, если иметь в виду дальнейшее определение селена, этого при-

1) См. работу в этом томе «Соосаждение селена и теллура с коллекторами».

менить нельзя. Поэтому мы предлагаем отделять медь от селена и теллура с помощью K_2CO_3 в виде CuO . Остатки платиноидов также должны быть восстановлены и отделены от селена и теллура в щелочной среде, что достигалось нами кипячением щелочного от K_2CO_3 раствора с маннитом, последний не восстанавливает в этих условиях ни селена, ни теллура. Таким образом, для определения селена и теллура в шлаках медного электролиза появилась возможность предложить следующую пропись.

Навеска шлама 1 г берется в коническую колбу на 250 мл с стеклянным закрывателем, обрабатывается 5 мл H_2SO_4 (1:1) и 10 мл HNO_3 (уд. в. 1,40) при нагревании до кипения и исчезновения окислов азота. После этого добавляется 20 мл HCl (уд. в. 1,19) и проба нагревается на водяной бане 2 часа при периодическом помешивании, затем в колбу прибавляют 50 мл воды, нагревают до кипения и дают отстояться в течение 1 часа. Нерастворимый остаток отфильтровывают, промывают 1-процентной HNO_3 и выбрасывают.

К фильтрату добавляют 5 мл 0,25 н. раствора $FeCl_3$ и 2 мл 25% раствора $CeCl_3$, осаждают аммиаком до слабосиней окраски отстоявшегося раствора. Осадок отфильтровывают, промывают 2-проц. раствором NH_4Cl , к которому добавлен аммиак, до розового окрашивания фенолфталеина.

Осадок растворяют в HCl (1:1) и переосаждают один или два раза для освобождения от меди.

После отделения от меди осадок смывается с фильтра возможно меньшим количеством воды обратно в колбу, в колбу же присоединяется раствор от растворения остатков осадка на фильтре с помощью концентрированной HCl . Раствор в колбе разбавляется концентрированной HCl , которую добавляют с таким расчетом, чтобы в колбе оказался раствор HCl (1:1). Далее, не обращая внимания на то, что не весь осадок $Ce(OH)_4$ растворился, нагревают и добавляют избыток 20-проц. раствора $SnCl_2$, последний способствует быстрому растворению $Ce(OH)_4$ и восстанавливает селен, теллур, золото и платину, раствор с осадком кипятится 10 минут для лучшей коагуляции осадка, затем остужается.

Осадок отфильтровывается через плотный фильтр, промывается сначала холодной 1-проц. HCl , затем горячей 1 н. HCl два-три раза, для растворения Cu_2Cl_2 . Промытый осадок вместе с фильтром помещается в колбу, где производилось осаждение, туда же вводится 10 мл HCl и 5—6 капель HNO_3 (уд. в. 1,40), колба слабо нагревается на водяной бане до растворения осадка, затем раствор профильтровывается через маленький фильтр средней плотности, фильтр промывается 1 проц. HCl .

Фильтрат собирается в стакан на 200 мл, где нейтрализуется твердым поташом в присутствии фенолфталеина до розового окрашивания раствора, затем раствор нагревается до кипения, при этом осаждаются очень небольшие количества прошедшей сюда меди в виде CuO . Не отфильтровывая осадка, в стакан вводят еще 0,5 г K_2CO_3 и 0,25 г маннита, кипячение продолжают для восстановления платины и золота, для этого требуется кипячение в продолжение 10—15 минут. Далее осадок отфильтровывают через фильтр с добавкой фильтробумажной кашицы, промывают 1-проц. горячим раствором K_2CO_3 , фильтрат собирают в коническую колбу на 250 мл.

К фильтрату добавляют 1 г $KNaC_4H_4O_6$, 5 мл 20-проц. свежеприготовленного раствора молочного сахара и 3 г Na_2SO_3 , нагревают и кипятят далее в продолжение 25 минут, затем дают отстояться до охлаждения. Осадок теллура отфильтровывают через пористый тигель № 3, промывают сначала 2-проц. горячим раствором Na_2SO_4 , затем свежепрокипяченной горячей водой 5—6 раз и затем 2 раза спиртом. Осадок сушат

при 105° и взвешивают в виде теллура. Можно также с успехом пользоваться вариантом титриметрического окончания теллура [2].

Фильтрат после отделения теллура используется для определения селена. Для выделения селена фильтрат подкисляют соляной кислотой до прекращения выделения CO₂, затем к нему добавляют 5 мл насыщенного раствора сернокислого гидразина, 2 г Na₂SO₃ и равный объем HCl (уд. в. 1,19). Раствор перемешивают вращательным движением в течение 2—3 минут, а затем оставляют отстояться в течение 8 часов. Выделившийся селен отфильтровывают через пористый тигель № 3, промывают хорошо 1-проц. раствором HCl, затем 2 раза спиртом, сушат при 100° и взвешивают в виде селена.

Образец шлама, содержащий 1,72% теллура и 8,04% селена, при проведении анализа по вышеизложенной прописи дал 1,70, 1,71 и 1,74% теллура и соответственно 8,02, 8,00 и 8,03% селена. Таким образом, предлагаемый метод имеет достаточную точность и хорошую воспроизводимость.

Выводы

1. Разработан метод определения селена и теллура в шламах медного электролиза с достаточной точностью и хорошей воспроизводимостью и простой по выполнению.

2. Применение комбинированного коллектора, состоящего из Fe³⁺ и Se³⁺, для соосаждения селена и теллура, при анализе шлама медного электролиза обеспечивает получение правильных результатов определения не только теллура, но и селена.

ЛИТЕРАТУРА

1. М. Ф. Прошкович и П. В. Фалеев. Обогащение руд, № 2 (8) Ленинград, стр. 21—24, 1957.
 2. И. П. Онуфриенок и В. М. Аксененко. Журнал аналит. химии, XIII, № 1, стр. 119—122, 1958.
-